

Air dan air limbah – Bagian 64: Cara uji timah (Sn) secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) – tungku karbon



© BSN 2009

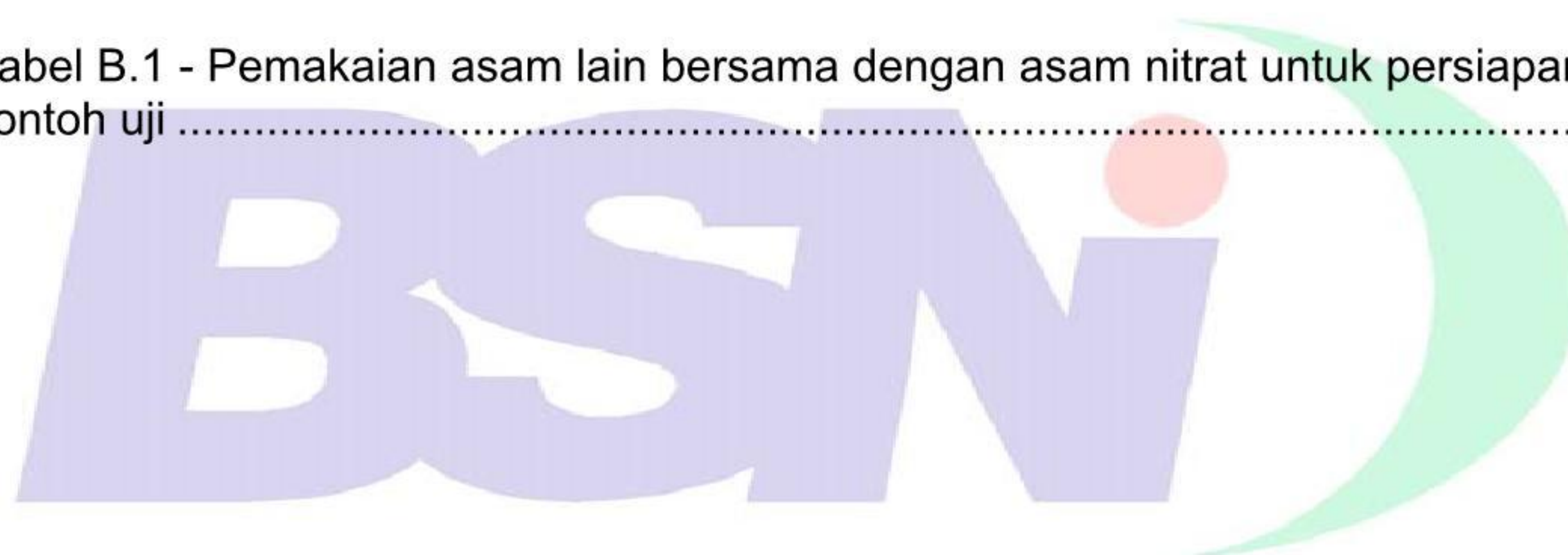
Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang menyalin atau menggandakan sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun dan dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Gd. Mangala Wanabakti
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.
Telp. +6221-5747043
Fax. +6221-5747045
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar isi

Daftar Isi	i
Prakata	ii
1 Ruang lingkup	1
2 Istilah dan definisi.....	1
3 Cara uji.....	2
4 Pengendalian mutu.....	5
5 Rekomendasi.....	6
Lampiran A (normatif) Pelaporan.....	7
Lampiran B (informatif) Pemakaian asam lain bersama dengan asam nitrat untuk persiapan contoh uji.....	8
Bibliografi	9
 Tabel B.1 - Pemakaian asam lain bersama dengan asam nitrat untuk persiapan contoh uji	 8



Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) ini merupakan hasil revisi dari SNI 06-4823-1998, *Metode pengujian kadar timah dalam air dengan alat spektrofotometer serapan atom secara tungku karbon*. SNI ini menggunakan referensi dari metode standar internasional yaitu *Standard Methods for the Examination Of Water and Wastewater 21 th Edition*, editor L.S.Clesceri, A.E.Greenberg, A.D.Eaton, APHA, AWWA and WPCF, Washington DC (2005). SNI ini telah melalui uji coba di laboratorium pengujian dalam rangka validasi dan verifikasi metode.

SNI ini telah disepakati dan disetujui dalam dalam rapat konsensus Subpanitia Teknis 13-03-S1, *Kualitas Air* dari Panitia Teknis 13-03, *Kualitas Lingkungan dan Manajemen Lingkungan* dengan para pihak terkait pada tanggal 4 September 2006 di Serpong dan telah melalui konsensus nasional tahap jajak pendapat pada tanggal 24 Juli 2007 sampai dengan 24 September 2007 serta tahap pemungutan suara pada tanggal 23 Desember 2008 sampai dengan tanggal 23 Februari 2009 dengan hasil akhir RASNI.

Dengan ditetapkannya SNI 6989.64:2009 ini, maka penerapan SNI 06-4823-1998, dinyatakan tidak berlaku lagi. Pemakai SNI agar dapat meneliti validasi SNI yang terkait dengan metode ini, sehingga dapat selalu menggunakan SNI edisi terakhir.



**Air dan air limbah – Bagian 64: Cara uji timah (Sn)
secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) – tungku karbon**

1 Ruang lingkup

Metode pengujian ini digunakan untuk menentukan logam timah (Sn) terlarut dan total dalam air dan air limbah secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)-tungku karbon dengan kisaran 20 µg/L sampai dengan 300 µg/L pada panjang gelombang 286,3 nm.

2 Istilah dan definisi

2.1

air bebas mineral

air yang diperoleh dengan cara penyulingan ataupun proses demineralisasi sehingga diperoleh air dengan konduktifitas lebih kecil dari 1,0 µS/cm

2.2

blind sample

larutan baku dengan kadar analit tertentu yang diperlakukan seperti contoh uji

2.3

kurva kalibrasi

grafik yang menyatakan hubungan kadar larutan kerja dengan hasil pembacaan absorbansi yang merupakan garis lurus

2.4

larutan blanko

air bebas mineral yang diperlakukan sama dengan contoh uji

2.5

larutan induk logam timah (Sn)

larutan yang mempunyai kadar logam timah 1000 mg Sn/L yang digunakan untuk membuat larutan baku dengan kadar yang rendah

2.6

larutan baku logam timah (Sn)

larutan induk logam timah yang diencerkan dengan air bebas mineral sampai kadar tertentu

2.7

larutan kerja logam timah (Sn)

larutan baku logam timah yang diencerkan dan digunakan untuk membuat kurva kalibrasi

2.8

larutan pencuci

larutan yang digunakan untuk mencuci semua peralatan gelas dan plastik

2.9

larutan pengencer

larutan yang digunakan sebagai pengencer dalam pembuatan larutan baku

2.10

matrix modifier

bahan yang digunakan untuk mengurangi gangguan matriks contoh uji

2.11

spike matrix

contoh uji yang diperkaya dengan larutan baku dengan kadar tertentu

2.12

timah terlarut

timah dalam air yang dapat lolos melalui saringan membran berpori 0,45 μm

2.13

timah total

timah yang terlarut dan tersuspensi dalam air setelah dilakukan proses pemanasan dengan asam kuat

3 Cara uji

3.1 Prinsip

Ion timah disuntikkan ke dalam tungku karbon, lalu diatomisasikan dengan energi elektrotermal, dengan melalui tahap pengeringan, pengabuan dan pengatoman. Timah dalam bentuk atom akan menyerap energi radiasi elektromagnetik yang berasal dari lampu katoda dan besarnya serapan berbanding lurus dengan konsentrasi.

3.2 Bahan

- a) air bebas mineral;
- b) asam klorida (HCl) p.a;
- c) asam nitrat (HNO_3) p.a;
- d) saringan membran berpori 0,45 μm ;
- e) larutan pengencer 0,05 M;
Larutkan 1,5 mL HNO_3 pekat ke dalam 1000 mL air bebas mineral dalam gelas piala.
- g) larutan pencuci HNO_3 5% v/v;
Tambahkan 50 mL HNO_3 pekat ke dalam 800 mL air bebas mineral ke dalam piala gelas 1000 mL. Lalu tambahkan air bebas mineral hingga 1000 mL dan homogenkan.
- h) larutan *matrix modifier*;
 - (a) magnesium nitrat [$\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$];
Larutkan 10,5 g $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ke dalam 100 mL air bebas mineral dalam gelas piala. Simpan larutan ini dalam botol plastik *polyethylene*.
 - (b) paladium (Pd) 4000 mg/L;
Timbang 8,89 g $\text{Pd}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$, masukkan ke dalam labu ukur 1000,0 mL, kemudian larutkan dengan air bebas mineral hingga tanda tera dan homogenkan.

3.3 Peralatan

- a) Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) tungku karbon;
- b) lampu katoda berongga (*Hollow Cathode Lamp*, HCL) timah;
- c) *graphite tube* atau *pyrolytic tube*;
- d) mikropipet atau *auto sampler*;
- e) labu ukur 50,0 mL; 100,0 mL; 500,0 mL dan 1000,0 mL;
- f) *Erlenmeyer*;

- g) gelas piala 500 mL;
- h) pipet volumetrik 1,0 mL; 2,0 mL; 5,0 mL; 10,0 mL; 20,0 mL dan 50,0 mL;
- i) kaca arloji;
- j) gelas ukur 100 mL;
- k) pemanas listrik;
- l) seperangkat alat saring vakum;
- m) labu semprot;
- n) timbangan analitik dengan ketelitian 0.0001 g; dan
- o) botol *polyethylene*;

CATATAN Cuci semua peralatan gelas dan plastik dengan larutan pencuci.

3.4 Pengawetan contoh uji

Bila contoh uji tidak dapat segera di uji, maka contoh uji diawetkan sesuai petunjuk di bawah ini:

- | | | |
|---------------------|---|--|
| Wadah | : | Botol plastik (<i>Polyethylene</i>) |
| Pengawet | : | a) Untuk logam terlarut, saring dengan saringan membran berpori 0,45 μm dan diasamkan dengan HNO_3 hingga pH lebih kecil dari 2.
b) Untuk logam total, diasamkan dengan HNO_3 hingga pH lebih kecil dari 2 |
| Lama Penyimpanan | : | 6 bulan |
| Kondisi Penyimpanan | : | Suhu ruang |

CATATAN Bila timah terlarut yang akan di uji, maka penambahan asam nitrat dilakukan setelah penyaringan.

3.5 Persiapan pengujian

3.5.1 Persiapan contoh uji timah terlarut

Siapkan contoh uji yang telah disaring dengan saringan membran berpori 0,45 μm dan diawetkan. Contoh uji siap diukur.

3.5.2 Persiapan contoh uji timah total

Siapkan contoh uji untuk pengujian timah total dengan tahapan sebagai berikut:

- a) homogenkan contoh uji, pipet 50,0 mL ke dalam gelas piala 100 mL atau *Erlenmeyer* 100 mL;
- b) tambahkan 5 mL HNO_3 pekat, bila menggunakan gelas piala, tutup dengan kaca arloji dan bila dengan *Erlenmeyer* gunakan corong sebagai penutup;

CATATAN Bila matriksnya kompleks, tambahkan asam lain sesuai dengan Lampiran B.

- c) panaskan perlahan-lahan sampai sisa volumenya 15 mL – 20 mL;
- d) jika destruksi belum sempurna (tidak jernih), maka tambahkan lagi 5 mL HNO_3 pekat, kemudian tutup gelas piala dengan kaca arloji atau tutup *Erlenmeyer* dengan corong dan panaskan lagi (tidak mendidih). Lakukan proses ini secara berulang sampai semua logam larut, yang terlihat dari warna endapan dalam contoh uji menjadi agak putih atau contoh uji menjadi jernih;
- e) bilas kaca arloji dan masukkan air bilasannya ke dalam gelas piala;

- f) pindahkan contoh uji masing-masing ke dalam labu ukur 50,0 mL (saring bila perlu) dan tambahkan air bebas mineral dan dihomogenkan;
- g) contoh uji siap diukur serapannya.

3.5.3 Pembuatan larutan induk logam timah (Sn) 1000 mg Sn/L

- a) timbang $\pm 1,000$ g logam timah, masukkan ke dalam 100 mL HCl pekat di dalam labu ukur 1000,0 mL ($1,000 \text{ g Sn} \approx 1000 \text{ mg Sn/L}$);
- b) encerkan dengan air bebas mineral hingga tepat tanda tera, kemudian homogenkan;
- c) hitung kembali kadar sesungguhnya berdasarkan hasil penimbangan.

CATATAN Larutan ini dapat dibuat dari larutan standar 1000 mg Sn/L siap pakai.

3.5.4 Pembuatan larutan baku logam timah (Sn) 100 mg Sn/L

- a) pipet 10,0 mL larutan induk timah 1000 mg Sn/L, masukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL;
- b) tambahkan larutan pengencer hingga tepat tanda tera, lalu homogenkan.

3.5.5 Pembuatan larutan baku logam timah (Sn) 10 mg Sn/L

- a) pipet 10,0 mL larutan induk timah 100 mg Sn/L, masukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL;
- b) tambahkan larutan pengencer hingga tepat tanda tera, lalu homogenkan.

3.5.6 Pembuatan larutan baku logam timah (Sn) 1000 μg Sn/L

- a) pipet 10,0 mL larutan induk timah 10 mg Sn/L, masukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL;
- b) tambahkan larutan pengencer hingga tepat tanda tera, lalu homogenkan.

3.5.7 Pembuatan larutan kerja logam timah (Sn)

Buat deret larutan kerja dengan 1 (satu) blanko dan minimal 3 (tiga) kadar yang berbeda secara proporsional dan berada pada rentang pengukuran.

CATATAN Jika menggunakan SSA-tungku karbon yang dilengkapi dengan *auto sampler*, maka pembuatan kurva kalibrasi tidak perlu menggunakan deret standar secara manual seperti pada langkah 3.5.6.

3.6 Pembuatan kurva kalibrasi dan pengukuran contoh uji

3.6.1 Pembuatan kurva kalibrasi

Kurva kalibrasi dibuat dengan tahapan sebagai berikut:

- a) operasikan alat dan optimalkan sesuai petunjuk penggunaan alat untuk pengukuran timah dan gunakan *background correction*;
- b) suntikkan larutan blanko sesuai dengan petunjuk SSA yang digunakan ke dalam SSA-tungku karbon, kemudian catat;
- c) suntikkan larutan kerja dan *matrix modifier* sesuai dengan petunjuk SSA yang digunakan ke dalam SSA-tungku karbon, lalu ukur serapannya pada panjang gelombang 286,3 nm, kemudian catat;
- d) ulangi langkah 3.6.1 c) untuk larutan kerja berikutnya;
- e) buat kurva kalibrasi dari data pada butir 3.6.1.c) di atas, dan tentukan persamaan garis lurusnya;

- f) jika koefisien korelasi regresi linier (r) lebih kecil dari 0,995, periksa kondisi alat dan ulangi langkah pada butir 3.6.1 c) sampai dengan d) hingga diperoleh nilai koefisien $r \geq 0,995$.

3.6.2 Pengukuran contoh uji

Uji kadar timah dengan tahapan sebagai berikut:

- a) suntikkan contoh uji dan *matrix modifier* sesuai dengan petunjuk SSA yang digunakan ke dalam SSA-tungku karbon, lalu ukur serapannya pada panjang gelombang 286,3 nm;

CATATAN 1 Bila hasil pengukuran untuk timah terlarut diluar kisaran pengukuran, maka lakukan pengenceran dan ulangi langkah 3.5.1.

CATATAN 2 Bila hasil pengukuran untuk timah total diluar kisaran pengukuran, maka lakukan pengenceran dan ulangi langkah 3.5.2.

- b) catat hasil pengukurannya.

3.7 Perhitungan

$$\text{Kadar logam timah (Sn) } (\mu\text{g/L}) = C \times fp \quad (1)$$

Keterangan:

C adalah kadar yang didapat dari hasil pengukuran ($\mu\text{g/L}$);
fp adalah faktor pengenceran.

4 Pengendalian mutu

- Gunakan bahan kimia pro analisis (pa).
- Gunakan alat gelas bebas kontaminasi.
- Gunakan alat ukur yang terkalibrasi.
- Dikerjakan oleh analis yang kompeten.
- Lakukan analisis dalam jangka waktu yang tidak melampaui waktu penyimpanan maksimum.
- Perhitungan koefisien korelasi regresi linier (r) lebih besar atau sama dengan 0,995 dengan intersepsi lebih kecil atau sama dengan batas deteksi.
- Lakukan analisis blanko dengan frekuensi 5% - 10% per *batch* (satu seri pengukuran) atau minimal 1 kali untuk jumlah contoh uji kurang dari 10 sebagai kontrol kontaminasi.
- Lakukan analisis duplo dengan frekuensi 5% - 10% per satu seri pengukuran atau minimal 1 kali untuk jumlah contoh uji kurang dari 10 sebagai kontrol ketelitian analisis. Jika Perbedaan Persen Relatif (*Relative Percent Difference*, RPD) sama dengan 10% maka dilakukan pengukuran ketiga.

Persen RPD

$$\%RPD = \left| \frac{\text{hasil pengukuran} - \text{duplikat pengukuran}}{(\text{hasil pengukuran} + \text{duplikat pengukuran})/2} \right| \times 100\% \quad (2)$$

- i) Lakukan kontrol akurasi dengan *spike matrix* atau salah satu standar kerja dengan frekuensi 5% - 10% per *batch* atau minimal 1 kali untuk 1 *batch*. Kisaran persen temu balik untuk *spike matrix* adalah 85% - 115% dan untuk standar kerja 90% – 110%.
Persen temu balik (% recovery, %R)

$$\%R = \left(\frac{A - B}{C} \right) \times 100\% \quad (3)$$

Keterangan:

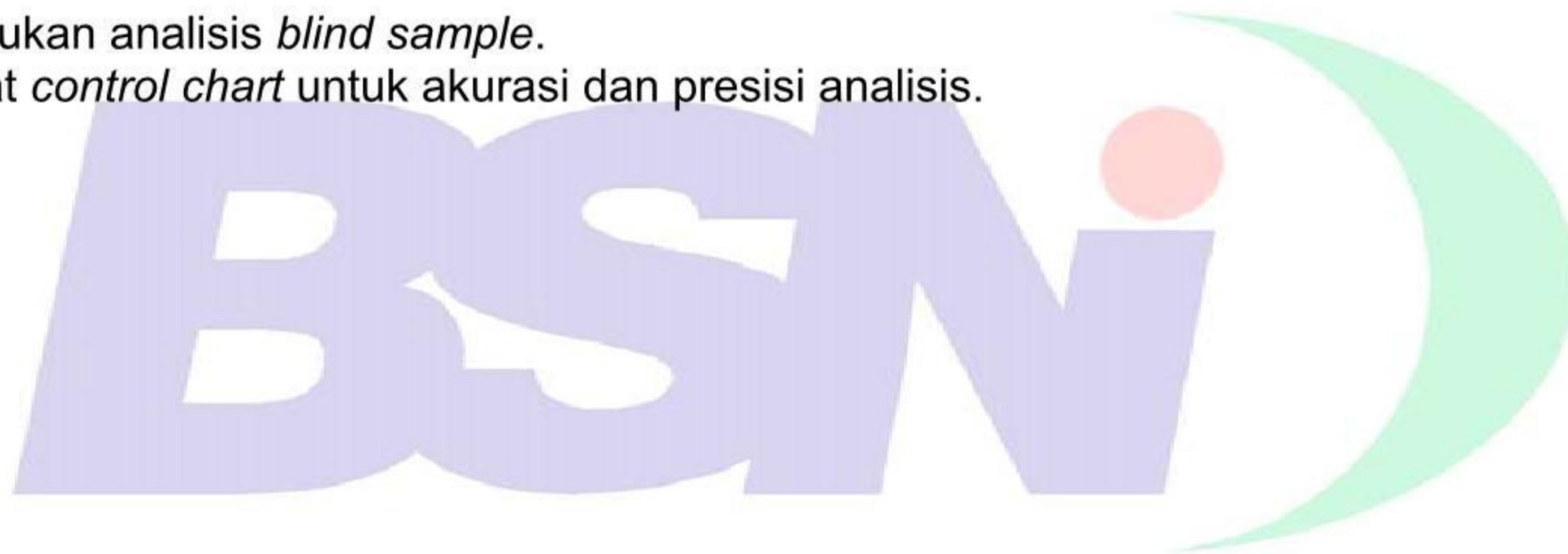
- A adalah kadar contoh uji yang diperkaya (*spike*) (mg/L);
B adalah kadar contoh uji (mg/L);
C adalah kadar standar yang ditambahkan (*target value*) (mg/L).

CATATAN 1 Volume *spike matrix* yang ditambahkan maksimal 5% dari volume contoh uji.

CATATAN 2 Hasil akhir kadar contoh uji yang diperkaya (*spike matrix*) berkisar 2 kali kadar contoh uji. Kadar contoh uji yang sudah di-*spike* berada pada kisaran rentang pengukuran.

5 Rekomendasi

- a) Lakukan analisis *blind sample*.
b) Buat *control chart* untuk akurasi dan presisi analisis.



Lampiran A
(normatif)
Pelaporan

Catat pada buku kerja hal-hal sebagai berikut:

- a) Tanggal penerimaan contoh uji.
- b) Nomor contoh uji.
- c) Parameter yang dianalisis.
- d) Nama analis.
- e) Tanggal analisis.
- f) Rekaman hasil pengukuran duplo, triplo, dan seterusnya.
- g) Rekaman kurva kalibrasi.
- h) Batas deteksi.
- i) Rekaman hasil perhitungan.
- j) Hasil pengukuran persen *spike matrix* atau standar kerja dan CRM atau *blind sample* (bila dilakukan).
- k) Kadar analit dalam contoh uji.



Lampiran B
(normatif)

Pemakaian asam lain bersama dengan asam nitrat untuk persiapan contoh uji

**Tabel B.1 - Pemakaian asam lain bersama dengan asam nitrat
untuk persiapan contoh uji**

Asam	Disarankan Untuk	Bisa Berguna Untuk	Tidak disarankan Untuk
HCl	Ag	Sb, Ru, Sn	Th, Pb
H ₂ SO ₄	Ti	-	Ag, Pb, Ba
HClO ₄	-	Bahan organik	-
HF	-	Bahan yang mengandung silika	-
Sumber: <i>Standard Methods, Examination of water and waste water 21st edition</i> , 2005, 3113B			



Bibliografi

Standard Methods, Examination of water and waste water 21st edition, 2005, Method 3113B.









BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id